

379 129



1er CERTIFICADO DE ADICION

Ref: ICI Case MD 21864 - SPAIN.

ICI C. I. I. SUPLENTE D	_____ _____ _____
-------------------------------	-------------------------

379 129

Memoria Descriptiva

sobre:

Mejoras introducidas en el objeto de la patente principal nº 353.653, concedida el 28 de mayo de 1969, por: "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE COMPOSICIONES DE HIDROCARBURO HALOGENADO".

Solicitante: IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED, entidad inglesa, residente en Imperial Chemical House, Millbank, Londres, S.W.1., Inglaterra.

Este invento se refiere a un procedimiento de obtención de composiciones de hidrocarburos halogenados y a los usos de las mismas y, en particular, de composiciones que comprenden disolventes de clorohidrocarburos y al uso de tales composiciones para lim

5.

379 129



5. piar y secar artículos, como por ejemplo maquinaria, instrumentos, y otros artículos metálicos, artículos de plástico que no son afectados por los disolventes, por ejemplo, poliamidas, polipropileno y politetrafluoretileno, materiales textiles y artículos de cristal en general.

10. Es bien sabido que los hidrocarburos halogenados líquidos, especialmente los hidrocarburos alifáticos clorados, tienen la propiedad de disolver la grasa y los aceites, y que se pueden emplear para efectuar el desengrasado de metales y otros artículos. También es bien sabido que los hidrocarburos alifáticos clorados especialmente el tricloroetileno y percloroetileno, se pueden utilizar para secar metal y otros artículos puesto que los

15. disolventes hirvientes tienen la propiedad de eliminar agua de los artículos en forma de una mezcla de ebullición constante con el disolvente. El tricloroetileno y percloroetileno forman mezclas de ebullición constante con el agua; la de tricloroetileno y agua contiene 13 partes en peso de tricloroetileno y una parte en peso de agua y la de percloroetileno y agua contiene 5 partes en peso de percloroetileno y 1 parte en peso de agua.

20. En los procesos de secado empleando estos disolventes, se puede eliminar agua simplemente mediante destilación puesto que la mezcla de ebullición constante hierva a una temperatura inferior al punto de ebullición del disolvente puro. Los vapores resultantes se condensan y se hace pasar el condensado a un separador de agua en el que se recupera el disolvente para volverse a emplear. El método puede llevarse a cabo eficazmente en

25.
30.

379129



virtud del contenido apreciable de agua del azeotropo.

Sin embargo, los procedimientos para el secado de artículos usando tricloroetileno o percloroetileno, puros o convencionalmente estabilizados, poseen el inconveniente

5. de que la superficie de los artículos tienden a marcharse debido al secado in situ de las gotitas de agua. Este efecto es particularmente evidente en el secado de artículos metálicos y de cristal. Con el fin de salvar este inconveniente es necesario que las gotitas de agua
10. sean eliminadas de la superficie del artículo e incorporadas en el disolvente antes de la evaporación del agua.

- Además, mientras que los disolventes de hidrocarburos clorados, particularmente tricloroetileno y percloroetileno, tienen la propiedad de disolver aceites y grasas, ninguno de estos disolventes tiene la propiedad de disolver contaminantes hidrosolubles. Por consiguiente, es claramente deseable mejorar las propiedades de limpieza de estos disolventes empleando el disolvente mezclado con agua, pero una simple mezcla física del disolvente y agua no es eficaz como agente de limpieza.
- 15.
- 20.

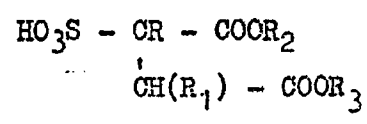
- Hemos descubierto ahora que las propiedades de los disolventes de hidrocarburos clorados pueden modificarse para conferir a los mismos la propiedad de absorción de agua en forma de una emulsión de agua en el disolvente (una emulsión de agua-en-aceite). Las propiedades del disolvente se modifican por incorporación en el mismo de por lo menos 0,5 % en peso de una sal de metal, amonio o amina del derivado de ácido monosulfónico de un diéster de un ácido succínico. Estas sales son comúnmente conocidas como sales de ésteres sulfosuccínicos. Hemos descu
- 25.
- 30.



bierto que estas sales son eficaces para permitir que el agua se emulsione en disolventes de hidrocarburos clorados, mientras que la mayoría de los agentes tensoactivos iniónicos o aniónicos como, por ejemplo, la sal sódica de ácido dodecibencenosulfónico, los ácidos sulfónicos de petroleo, sulfonatos de alquilnaftaleno, sales de ácidos grasos o condensados de alquilfenol/óxido de alquilenos, no poseen esta propiedad.

5. Según el presente invento proporcionamos una composición que comprende disolvente de clorohidrocarburo o bromohidrocarburo y una sal de metal, amonio o amina del derivado de ácido monosulfónico de un diéster de un ácido succínico, en una cantidad de por lo menos 0,5 % en peso de la composición.

10. Las sales que se pueden emplear son las sales de metal, amonio y amina de ácidos sulfónicos de fórmula:



15. en la que R y R₁, que pueden ser iguales o diferentes, representan cada una un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo o arilo y R₂ y R₃, que pueden ser iguales o diferentes, representan cada una un grupo alquilo, cicloalifático, arilo, alcarilo o aralquilo que contiene de 4 a 13 átomos de carbono y que puede ser sustituidos. Preferimos emplear las sales en las que R y R₁ representan cada una un átomo de hidrógeno. Se han obtenido resultados particularmente buenos empleando sales de ácidos en los que cada uno de los grupos R₂ y R₃ es un grupo amilo o un grupo hexilo (de cadena recta o ramificada), espe-

20. 25.



ciálmente un grupo metilamilo. Preferimos emplear una sal que sea soluble en el disolvente de hidrocarburo halogenado. Cuando la sal es una sal metálica, el metal es preferiblemente un metal alcalino, especialmente sodio.

5.

Se puede emplear una gran variedad de aminas para formar la sal del ácido sulfónico. Las aminas que se pueden emplear comprenden las alquilaminas o alcanolaminas primarias, secundarias y terciarias, aminas aromáticas, aminas cíclicas y compuestos heterocíclicos que contienen N como heteroátomo.

10.

Las soluciones de la sal en el disolvente tienen la propiedad de emulsionar agua y formar una emulsión de agua en aceite, dependiendo la cantidad de agua que se puede emulsionar de este modo de la cantidad de aditivo incorporado en el disolvente particular. Para cualquier concentración particular de sal en el disolvente, hay una cantidad máxima de agua que se puede emulsionar para formar una emulsión de agua en aceite, pero cualquier composición que contenga menos de este máximo tiene la propiedad de absorber y emulsionar más agua y es por consiguiente útil para el secado de artículos.

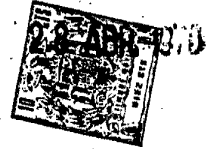
15.

20.

En las composiciones pueden incorporarse otras sustancias en lugar del agua, pero con preferencia en adición a esta última. Ejemplo de tales sustancias son el amoniaco, agentes abrillantadores de metales, ácido fosfórico, ácido clorhídrico y agentes de quelación metálicos. La cantidad de tales sustancias que puede tolerarse en emulsiones de agua en el disolvente de hidrocarburo halogenado se encuentra limitada por su separación de

25.

30.



fases existente de la emulsión cuando se presentan en cantidades apreciables. La cantidad máxima de la sustancia que puede tolerarse depende de la sustancia particular y puede determinarse mediante simple experimentación.

5.

Las composiciones del invento que contienen agua, particularmente aquellas que contienen cantidades apreciables de agua como emulsiones de agua en aceite, son útiles como agentes de limpieza para artículos sumergidos en las mismas, particularmente para librar los artículos de la grasa y aceites, y también de contaminantes hidrosolubles.

10.

Según otra característica del invento proporcionamos, por consiguiente, una composición que comprende un disolvente de clorohidrocarburo o bromohidrocarburo, agua y una sal de metal, amonio o amina del derivado de ácido monosulfónico de un diéster de un ácido succínico en una cantidad de al menos 0,5 % en peso de la composición.

15.

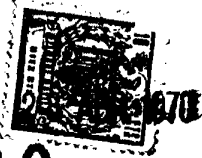
20.

Las composiciones del invento tanto si contienen agua como si no, pueden contener un agente tensioactivo iniónico además de la sal del sulfosuccinato. Los agentes tensioactivos iniónicos apropiados comprenden por ejemplo condensados de óxidos de alquileo, particularmente óxido de etileno, con alquilfenoles, alcoholes grasos, aminas grasas o amidas grasas.

25.

La proporción del agente tensioactivo iniónico, si está presente, no necesita ser más de 5 veces el peso, y normalmente será inferior al del peso de la sal del ácido sulfónico. Se ha de entender que las proporciones del

30.



379129

agente tensioactivo iniónico dadas anteriormente sirven simplemente como guía general y que la cantidad óptima es diferente para las distintas sales de los ácidos sulfónicos. La cantidad es, de hecho, un factor de importancia y se deberá mantener dentro de límites regularmente estrechos para cada sal empleada en particular, pudiéndose determinar la cantidad óptima para cada sal mediante simple experimentación.

- 5.
- 10.
- 15.

Hemos descubierto que para fines prácticos de limpieza, la cantidad de agua que es emulsionada en el disolvente no es necesario que sea mas grande que el 50 % en peso aproximadamente de la emulsión resultante. Con el fin de permitir la emulsión de esta cantidad de agua y la formación de una emulsión de agua en aceite, no existe ninguna ventaja en el empleo de una cantidad total de agente de superficie activa (es decir la sal de un ácido sulfónico y el agente de superficie activa no iónico, si está presente) que sea superior al 10 % en peso, basado en el peso de la emulsión.

- 20.
- 25.

Hemos descubierto que cantidades relativamente pequeñas del sulfosuccinato, por ejemplo, 1.5 % en peso, pueden permitir la emulsificación de grandes cantidades de agua, por ejemplo de hasta un 50 % en peso de la composición. La emulsión resultante puede ser clara o lechosa (turbia) dependiendo de su contenido en agua, pero las emulsiones son útiles para la limpieza de artículos tanto si son claras como si son lechosas.

- 30.

La composición de limpieza deberá contener por lo menos 0,5 % y con preferencia por lo menos 1,0 % en peso de agua, y correspondientemente las composiciones deberán



5. contener preferiblemente como mínimo la misma cantidad de agente de superficie activa total. Para la mayor parte de las operaciones prácticas de limpieza, hemos encontrado que una composición de limpieza que contiene 6 % en peso aproximadamente del sulfosuccinato, basado en la emulsión, es suficiente.

10. Es preferible que las composiciones que se han de usar como agentes desecantes se hallen virtualmente libres de agua, aunque pueden contener algo de agua suponiendo que puedan emulsionar agua adicional. Es preferible que la composición libre de agua pueda emulsionar grandes cantidades de agua y la cantidad de la sal (y el agente iniónico si está presente) pueden ser según se ha descrito anteriormente con relación a los agentes de limpieza.

15.

20. El componente disolvente de las composiciones puede ser cualquier disolvente líquido de clorohidrocarburo o bromohidrocarburo, especialmente un clorohidrocarburo alifático, por ejemplo, tricloroetileno, percloroetileno, 1,1,1-tricloroetano, beta-tricloroetano, dicloroetilenos cis y trans y dicloruro de metileno. Otros disolventes que pueden emplearse son, por ejemplo, 2,3-dibromobutano, bromuro de n-butilo, clorobromometano y bromotriclorometano.

25. Hemos descubierto que solamente una cantidad limitada de material soluble en agua, por ejemplo electrolitos, puede incorporarse en las emulsiones puesto que cantidades apreciables de estos causan la separación de una parte de agua en una capa distinta cuando se deja reposar la composición, por ejemplo durante la noche, sin

30.



- agitación alguna. Si ocurre esta separación de fases, la capa de agua separada puede descargarse y se puede añadir nueva agua antes de volverse a usar la composición. La separación de las emulsiones debida a la presencia de electrolitos supone con frecuencia una ventaja puesto que, después de la separación, el electrolito se hallará presente en la capa acuosa y se puede eliminar con dicha capa. Así, por ejemplo, los electrolitos que penetran en las emulsiones durante la limpieza de artículos pueden producir la separación de la emulsión durante los periodos en que no se esté usando. La eliminación de la capa acuosa separada, por ejemplo mediante desviación del agua superficial, elimina así los electrolitos del recipiente del tratamiento y de esta forma se reduce el riesgo de redeposición de los electrolitos sobre el artículo a limpiar, permitiendo de este modo una limpieza sin máculas de los artículos aún cuando los artículos que se han de limpiar estén contaminados con sales metálicas y electrolitos. Nosotros preferimos utilizar agua destilada o desionizada en las composiciones de limpieza del invento.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.

- Similarmente, en el secado de artículos húmedos cualquier electrolito que penetre en la composición junto con cantidades apreciables de agua hará que se separe el agua cuando se deja reposar la composición sin agitación alguna.
- 25.

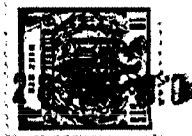
- Si fuera necesario las composiciones del invento pueden contener uno o más estabilizadores. La estabilización puede ser necesaria contra la descomposición del disolvente inducida por la presencia de metales, (especial
- 30.



- mente aluminio y cinc) y calor y luz. Por ejemplo, puede ser necesario estabilizar el disolvente para inhibir el ataque sobre los artículos metálicos a limpiar o secar y de los tanques de aclarado. Para evitar estas reacciones de descomposición se pueden emplear cualquiera de los aditivos estabilizantes conocidos para disolventes de hidrocarburos halogenados. Son ejemplos de dichos aditivos estabilizantes los nitroalcanos y otros nitro-compuestos alquílicos, epóxidos, aminas por ejemplo trietilamina, alcanoleminas, éteres cíclicos, cetonas, fenoles sustituidos, pirroles y ciertos alcoholes como es el alcohol propargílico que supone una ventaja empleándolo junto con nitrometano para inhibir la corrosión del zinc. Normalmente la cantidad total de estabilizadores añadida no excederá del 10 % en peso de la composición puesto que algunos aditivos pueden tener la tendencia a producir la separación de las emulsiones de agua en aceite en capas diferentes si se hallan presentes en cantidades superiores al 10 % en peso. Además de los estabilizadores, se pueden añadir compuestos que se sepa inhiban la decoloración superficial del cobre y del latón.
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.

- La limpieza o secado de artículos empleando la composición apropiada se lleva a cabo simplemente sumergiendo el artículo en la composición durante un periodo de tiempo adecuado, por ejemplo de 60 segundos. Entonces se saca el artículo y generalmente se aclarará en un disolvente puro (convenientemente el mismo disolvente que se empleó en la composición) para eliminar las trazas de la sal de ácido sulfónico u otros aditivos que se pudieran haber depositado sobre el artículo. La composición de
- 25.
 - 30.

379 129



- limpieza puede usarse en su punto de ebullición, produciendo así la agitación suficiente de la composición, tanto en el tratamiento de limpieza como en el de aclarado, pero con preferencia se emplean temperaturas más bajas, convenientemente la temperatura ambiente, junto con agitación ultrasónica. Con preferencia, cuando el aclarado se realiza en disolvente frío, se lleva a cabo un aclarado adicional en disolvente hirviente o en vapor de disolvente puesto que esto permite que se evapore rápidamente el disolvente del artículo después de aclarado. Las composiciones desecantes se utilizarán normalmente en ebullición, pero se pueden utilizar a temperaturas más bajas junto con agitación ultrasónica. Después de secos, los artículos se aclararán según se ha descrito anteriormente.
- Los artículos, después del tratamiento para limpiarlos o secarlos tienen agente tensioactivo depositado sobre ellos, que se elimina en el tratamiento de aclarado. Cuando se utiliza la composición en ebullición es preferible hacer que rebosa el líquido de aclarado (que se engrosa de una forma continua con disolvente procedente de un condensador utilizado para condensar los vapores emitidos como resultado de la ebullición) pasando a la composición de limpieza o secado. De esta forma se transfiere cualquier agente tensioactivo en el líquido de aclarado a la composición de limpieza o secado. El agua libre que se forma cuando se condensan los vapores de disolvente/agua, se separa en un separador de agua y pasa automáticamente a un desagüe cuando se trata del proceso de secado, y de vuelta al depósito que contiene la composición
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.
 - 30.

379 129



1970

en el caso de que se emplee una composición que contiene agua.

- Las composiciones libres de agua y las emulsiones del invento, son estables en almacenamiento y son líquidos incoloros y transparentes, incluso en ebullición. Se preparan fácilmente añadiendo la sal del derivado de ácido sulfónico (y si se desea un agente iniónico) al disolvente y agitando la mezcla para disolver la sal. Cuando se trata de composiciones de limpieza se añade agua agitando la mezcla. El contenido en agua de las composiciones se ajusta fácilmente añadiendo agua para aumentar el contenido o separando agua de la composición, por ejemplo mediante destilación, o añadiendo un electrolito seguido de la desviación del agua superficial de la capa acuosa resultante, para disminuir el contenido en agua. Normalmente, empleando una composición hirviendo para secar artículos habrá muy poca o nada de agua en la composición después de su uso a menos que se seque un gran lote de artículos húmedos inmediatamente antes de desconectar el suministro calorífico al baño de secado.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.

- Las emulsiones del invento se pueden usar para limpiar metal (aunque pudieran ser necesarios aditivos especiales para evitar la corrosión del metal), plásticos insolubles, cristal, materiales textiles y otros artículos y las composiciones libres de agua pueden utilizarse para secar tales artículos. La limpieza da por resultado la eliminación de grasa y aceite y la suciedad hidrosoluble. El secado da por resultado la eliminación de agua de los artículos. Las composiciones de secado son particularmente útiles para secar los artículos metálicos después de
- 25.
- 30.



los procesos de electrodeposición.

A continuación se ilustra el invento mediante los ejemplos que siguen y que en modo alguno limitan su alcance y en los que todas las partes y porcentajes se dan en peso a menos que se indique lo contrario.

5.

Ejemplo 1

Se añadieron 5,5 partes de di-metilamil-sulfosucinato sódico a 88,5 partes de un grado comercialmente disponible de tricloroetileno conteniendo estabilizantes y se agitó la mezcla. Después se añadió agua destilada y se agitó de nuevo la mezcla para formar una emulsión de agua en aceite, siendo la cantidad de agua la suficiente para dar una emulsión que contenía un 6 % de agua basado en la emulsión total. Después se utilizó la emulsión para limpiar artículos por el procedimiento que sigue:

10.

15.

Se puso la emulsión en un depósito provisto de medios (v.g., un transductor) para la agitación ultrasónica de la composición. Se vertió tricloroetileno (grado comercialmente disponible conteniendo estabilizantes) en ambos compartimentos de un depósito de dos compartimentos que se hallaba separado del depósito que contenía la emulsión. En el depósito de dos compartimentos éstos se hallaban en comunicación a través de un corte horizontal en su pared común. Uno de los compartimentos (el compartimento de aclarado) se hallaba provisto de medios (v.g., un transductor) para agitación ultrasónica del disolvente en el compartimento y el otro (el compartimento de vapor) se hallaba provisto de un calentador para permitir que hirviera el disolvente del mismo. El compartimento de vapor se hallaba provisto junto a su extremo superior de

20.

25.

30.

379129²⁸



5. serpentines de refrigeración para condensar el vapor emitido por el disolvente hirviente y para formar una zona de vapor por encima de la superficie del disolvente hirviente. Se vertió disolvente puro en el compartimento de vapor hasta un nivel inferior al corte de la pared común y en el compartimento de aclarado hasta un nivel que hiciera pasar un pequeño flujo por el corte al compartimento de vapor. Se dispusieron medios para recoger el disolvente líquido que se condensaba en los serpentines de refrigeración del compartimento de vapor y pasar este disolvente líquido al compartimento de aclarado.

10. El artículo a limpiar se sumergió por espacio de unos 30 segundos en la emulsión de agua en aceite que se agitó ultrasónicamente. El artículo limpio se sumergió después por espacio de unos 30 segundos en el disolvente puro que se agitó ultrasónicamente en el compartimento de aclarado. Después se mantuvo el artículo durante 30 segundos en la zona de vapor del compartimento de vapor en el que hervía el disolvente. Se sacó el artículo del vapor y se secó rápidamente.

15. Por este procedimiento se puede limpiar una gran variedad de artículos, incluyendo por ejemplo piezas estampadas y perfiles extruidos de metal, estampas de embutir alambres, hileras, metales pulidos, platinas de síliceo, lentes y platinas de microscopios. En todos los casos probados los artículos se hallaron completamente libres de grasa, aceites y suciedad hidrosoluble y asímismo se hallaban libres también de manchas del secado.

Ejemplo 2

20. Se preparó una composición de secado añadiendo 2,0

379 129 28



partes de di-metilamil-sulfosuccinato sódico a 98,0 partes de tricloroetileno estabilizado, agitando la mezcla resultante. Entonces se empleó la composición para secar artículos por el procedimiento que sigue:

5. Se puso la composición en uno de los compartimtos de un depósito de dos compartimentos en el que se hallaban dichos compartimentos en comunicación por medio de un corte horizontal en la pared común. El nivel superior de la composición se hallaba por debajo de este corte y se virtió tricloroetileno estabilizado en el otro compartimento (el compartimento de aclarado) hasta un nivel que produjera un ligero rebose por el corte a la composición. Se dispusieron serpentines de calentamiento en los dos compartimentos para hacer que hirvieran la composición y el disolvente puro. Se dispusieron serpentines de refrigeración para condensar los vapores desprendidos de los compartimentos como resultado de la ebullición, disponiéndose medios para hacer pasar el total de condensados (consistentes en disolvente puro inicialmente pero también agua después de haberse introducido un artículo húmedo en la composición de secado) a un separador de agua del que se devolvió el disolvente puro al compartimento de aclarado.
- 10.
- 15.
- 20.
25. La composición de secado y el disolvente puro en el compartimento de aclarado se hicieron hervir contínuamente y el artículo húmedo a secar se sumergió en la composición de secado. La composición formó espuma en principio pero la espuma se dispersó rápidamente. Después de un periodo apropiado de tiempo, que normalmente fué de 30 segundos, se sacó el artículo de la composición y se sumer
- 30.



gió inmediatamente en el disolvente puro en el compartimento de aclarado, de nuevo por espacio de unos 30 segundos. Después se sacó el artículo seco del líquido de aclarado. Durante este procedimiento de secado, se introdujo disolvente condensado de una forma continua en el compartimento de aclarado desde el separador de agua y esto hizo que el líquido de aclarado, consistente esencialmente en disolvente puro, rebosara por el corte pasando a la composición de secado. De esta forma cualquier agente tensioactivo que penetre en el compartimento de aclarado como resultado de aclarar los artículos, se devuelve gradualmente a la composición de secado.

Se trató una variedad de artículos separadamente de la forma que sigue: Se mantuvo el artículo bajo chorro de agua corriente hasta que estuvo completamente húmedo. El agua en el artículo se hallaba normalmente en forma de gotas y/o una película, y los artículos de configuración complicada contenían agua en agujeros en diversas partes con rebajes. El artículo se sumergió en la composición secante hirviendo por espacio de unos 30 segundos y después se sumergió en el compartimento de aclarado que contenía líquido hirviendo de aclarado de nuevo por espacio de unos 30 segundos. La capacidad de secado de la composición se sometió a prueba en una amplia variedad de artículos, particularmente sobre metales pulidos, lentes y platinas de microscopio. En ninguno de los casos se pudieron detectar trazas de agua en los artículos tratados. Aún más, los artículos tratados (secos) se hallaban totalmente libres de manchas.

Durante los períodos en que se dejó de utilizar el



- aparato, se dejaron enfriar la composición y el líquido de aclarado y se añadió un 2 % en peso de agua, basado en el peso total de la composición, a la composición de secado que se agitó después hasta que se formó una emulsión homogénea. Se averiguó que después de secar los artículos que contenían agua a la que se había añadido un electrolito, se formó una capa de agua durante la noche sobre la superficie de la composición. Esta capa se separó antes de volver a emplear la composición y se descubrió que la composición continuó secando artículos sin producir manchas.
- 5.
- 10.

Ejemplo 3

- Se repitió el procedimiento del ejemplo 2, excepto que se empleó percloroetileno (98 partes) en lugar de tricloroetileno.
- 15.

Los artículos tratados (metales pulidos, lentes y platinas de microscopio) se encontraban libres de manchas y no pudo detectarse sobre los mismos ninguna traza de agua.

20. El procedimiento descrito en el ejemplo 2 para eliminar electrolitos de la composición se empleó con éxito en el caso de la composición de percloroetileno.

Ejemplo 4

- Se depositó la composición de limpieza descrita en el Ejemplo 1 en un compartimento de un depósito y se puso tricloroetileno (grado estabilizado) en dos compartimentos adyacentes del depósito, cada compartimento dotado de calentador para que pudiera hervir su contenido.
- 25.

- Se calentaron la composición y el disolvente puro en los compartimentos adyacentes del depósito hasta la
- 30.



- ebullición y se sumergieron en la composición hirviendo, durante 60 segundos, lentes de vidrio contaminadas con grasa, huellas dactilares y polvo en general, después de lo cual se sacaron y se sumergieron en el primer depósito de disolvente hirviendo para aclarar cualquier agente tensioactivo de las lentes. El aclarado se llevó a cabo en unos 60 segundos, seguido de un segundo aclarado durante unos 60 segundos en el segundo depósito de disolvente hirviendo. Al sacarlas del segundo depósito, las lentes se secaron rápidamente y se pudo ver que se hallaban libres de contaminación.

Ejemplo 5

- Se repitió el procedimiento del Ejemplo 4, empleando en lugar de la composición de tricloroetileno, una composición de fórmula:

	<u>Partes</u>
1,1,1-tricloroetano (grado estabilizado)	96
Diamil-sulfosuccinato sódico	2
Agua	2

Los artículos tratados, tras extraerlos del segundo depósito, estaban libres de contaminaciones y secos.

Ejemplos 6-7

- Estos ejemplos ilustran las formulaciones de emulsiones de agua en aceite útiles para la limpieza de una variedad de artículos. En cada ejemplo, la emulsión resultó ser estable, incluso en ebullición, y era clara y transparente. En cada caso, el disolvente consistió en un grado estabilizado, comercialmente disponible, de tricloroetileno.



Ejemplo 6

	<u>Partes en peso</u>
Tricloroetileno	88,5
Di-metilamil-sulfosuccinato sódico	5,5
Agua	6

Ejemplo 7

	<u>Partes en peso</u>
Tricloroetileno	86
Diamil-sulfosuccinato sódico	4
Agente no iónico *	4
Agua	6

* Un producto de condensación de óxido de etileno/nonil fenol obtenido usando trece moles de óxido de etileno formol de nonilfenol.

Ejemplo 8

5. Se prepararon composiciones mediante disolución de un agente de superficie activa en un disolvente agitado a temperatura ambiente. Los disolventes y agentes de superficie activa son los mostrados en la tabla 1 siguiente. En cada caso, la cantidad usada del agente de superficie activa era de 1 % en peso, basado en el peso del disolvente. Se añadió entonces agua destilada, en pequeñas cantidades a la composición agitada hasta que la cantidad de agua excediera de la que podría ser emulsionada para dar emulsiones claras en el disolvente. Los resultados se indican en la tabla 1
- 10.
- 15.



T A B L A 1

Disolvente	% p/p agua emulsionada (max)	
	Di-(metilamilo)-sulfosuccinato sódico	Dinonil-sulfosuccinato sódico
Clorobromometano CH ₂ BrCl	0,7	0,4
Triclorobromometano CCl ₃ Br	0,8	0,4
Bromuro de n-butilo	0,7	0,3
2,3-dibromobutano	1,0	0,2

Ejemplo 9

Este ejemplo demuestra el efecto de variar el sulfosuccinato sobre la capacidad emulsionante de una composición basada en tricloroetileno.

5. Se prepararon composiciones mediante disolución de cada uno de los sulfosuccinatos mostrados en la tabla 2, por separado, en tricloroetileno. En cada caso, la cantidad del sulfosuccinato era del 1 % en peso, basado en el tricloroetileno. La cantidad máxima de agua que pudo ser emulsionada en cada composición se determinó mediante la adición de agua destilada a la composición agitada hasta que la emulsión se volviera turbia. Los resultados se indican en la tabla 2.
- 10.

379 129 2



Sulfosuccinato	Cantidad (% p/p)	Agua emulsionada max. (% p/p)
di-isobutil sódico	1	0,25
diamil sódico	1	1
di(metilamil) sódico	1	1
dietil sódico	1	0,4
diocetil sódico	1	0,5
dinonil sódico	1	0,5

Estos resultados demuestran claramente la superior capacidad emulsionante de las composiciones que contienen diamil-sulfosuccinato sódico o di(metilamil)-sulfosuccinato sódico.

5.

- N O T A -

10.

15.

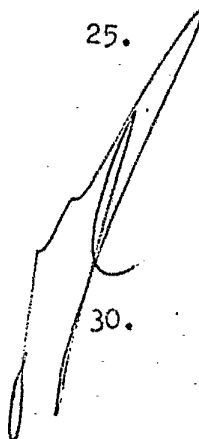
20.

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas, son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una Solicitud de Patente, presentada en Inglaterra, con fecha 29 de abril de 1969, bajo el número 21814/69, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita 1er Certificado de Adición por 20 años en España, sobre: Mejoras introducidas en el objeto de la patente principal nº 353.653, concedida el 28 de mayo de 1969, por: PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE COMPOSICIONES DE HIDROCAR-



BURO HALOGENADO; caracterizándose por lo siguiente:

5. 1ª.- Mejoras introducidas en el objeto de la patente principal nº 353.653, concedida el 28 de mayo de 1969, por: PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE COMPOSICIONES DE HIDROCARBURO HALOGENADO, caracterizadas porque un disolvente de clorohidrocarburo ó bromohidrocarburo se mezcla con una sal seleccionada del grupo consistente en una sal de metal, amonio y amina derivado de un ácido monosulfónico de un diéster de un ácido succínico, en una cantidad de por lo menos 0,5 % en peso de la composición.
10. 2ª.- Mejoras según la reivindicación 1, caracterizadas porque se añade adicionalmente un agente tensioactivo iniónico.
15. 3ª.- Mejoras según la reivindicación 1 ó 2, caracterizadas porque se añade adicionalmente agua.
- 4ª.- Mejoras según la reivindicación 3, caracterizadas porque se forma una emulsión de agua en aceite que contiene hasta un 50 % en peso de agua.
20. 5ª.- Mejoras según cualquiera de las reivindicaciones 2-4, caracterizadas porque la cantidad total de agente tensioactivo añadido a la mezcla alcanza un valor de hasta un 10 % en peso de la composición.
25. 6ª.- Mejoras según cualquiera de las reivindicaciones 3-5, caracterizadas porque se añade agua y la cantidad de disolvente añadido no es inferior al 40 % en peso de la composición.
30. 7ª.- Mejoras según cualquiera de las reivindicaciones 2-6, caracterizadas porque el citado agente tensioactivo iniónico se añade en una cantidad de hasta el doble del peso de la sal de ácido sulfónico.





8ª.- Mejoras según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizadas porque a la mezcla se añade adicionalmente amoniaco.

5. 9ª.- Mejoras según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizadas porque como disolvente se añade tricloroetileno.

10ª.- Mejoras según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizadas porque como sal se añade una sal soluble en el disolvente.

10. 11ª.- Mejoras según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizadas porque como sal se añade una sal de un derivado de ácido monosulfónico de un diéster de un ácido succínico, en el que los grupos esterificantes son grupos alquilos que contienen de 4 a 13 átomos de carbono, con preferencia de 5 ó 6 átomos de carbono.

15. 12ª.- Mejoras según la reivindicación 11, caracterizadas porque como sal se añade di(metilamil)-sulfosuccinato sódico.

20. 13ª.- Mejoras según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizadas porque la amina de la sal se selecciona del grupo consistente en una alquilamina primaria, secundaria y terciaria.

25. 14ª.- Mejoras según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizadas porque como sal se añade una sal de un éster de un ácido succínico sustituido en el que los sustituyentes son grupos alquilo o arilo.

30. 15ª.- Mejoras según cualquiera de las reivindicaciones 2-14, caracterizadas porque como agente tensioactivo iniónico se añade un producto de condensación de un alquil-

379129



fenol y óxido de etileno.

16ª.- Mejoras según cualquiera de las reivindicaciones 3-15, caracterizadas porque se añade agua destilada o desionizada.

5. 17ª.- Mejoras según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizadas porque adicionalmente se añade a la mezcla un estabilizador para inhibir la descomposición del disolvente de hidrocarburo halogenado.

10. 18ª.- Mejoras introducidas en el objeto de la patente principal nº 353.653, concedida el 28 de mayo de 1969, por: PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE COMPOSICIONES DE HIDROCARBURO HALOGENADO, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

15. Esta Memoria consta de 24 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid

28 ABR 1970

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED

I. GOMEZ ACEBO Y MOD. L.
n.º. Firmado: F. Hernández Ruiz